

4. Емельянов О.А. Особенности релаксационной поляризации диэлектрика в области больших электротепловых нагрузок. // Письма в ЖТФ, Т.28, Вып.22. 2002. –с. 32-38.

УДК 664.8.047.014

ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКІСНОГО ВМІСТУ ПЕКТИНОВИХ РЕЧОВИН В РОСЛИННІЙ СИРОВИНІ, РОЗРОБКА МЕТОДИКИ

Петрова Ж.О. канд.техн.наук
Снєжкін Ю.Ф. д-р техн. наук, професор
Інститут технічної теплофізики НАН України, м. Київ

У статті проаналізовані найбільш поширені методи визначення суми пектинових речовин. Представлено новий метод визначення загальної кількості пектинових речовин в сухій рослинній сировині. Визначено загальну кількість пектинових речовин, за новою методикою в рослинних порошках.

The article analyzed the most common methods for determining the amount of pectin substances. Was presented the new method of determining the total number of pectin substances in dry plant material. Determined the total number of pectin substances by a new method in plant powders.

Ключові слова: галактуронова кислота, пектинові речовини, екстрагування, харчові порошки.

Постановка проблеми. Пектинові речовини знаходяться в міжклітинних тканинах та оболонках клітин всіх вищих рослин. В більшості рослин, особливо в недозрілих фруктах, їх основна частина знаходиться у водо нерозчинній формі, яку ще називають протопектинами.

Встановлено, що пектинові речовини належать до високомолекулярних вуглеводів і представляють собою полімергомологічний ряд частково метаксилірованої галактуронової кислоти, зв'язаної безпосередньо $\alpha - 1 \rightarrow 4 -$ глікозидних зв'язків. Із нейтральних цукрів в їх складі домішують D-галактоза, L-арабіноза і L-рамноза, менше міститься D-ксилози, L-фруктози, 2-O-метил- D-ксилози і 2-O-метил- L-фруктози. Частково вони зустрічаються у вигляді арабанів, галактанів та арабіно-галактанів [1].

Склад пектинових речовин рослин характеризується різним співвідношенням кислих та нейтральних фракцій, вмістом залишків галактуронової кислоти та нейтральних моноцукрів. Це пояснюється тим, що хімічний склад цих речовин та якісні показники неоднакові у різних рослин. Їх органів та тканин. Значним змінам підлягають пектинові речовини в період формування та дозрівання рослин. В цей період, під впливом комплексу пектолітичних ферментів відбуваються зміни у співвідношеннях їх фракцій і ступеня метоксилірування, ацетилірування, молекулярної маси [1].

Єдиної думки відносно хімічного складу пектинових речовин поки що нема. Кінцево встановленим можна вважати лише той факт, що основною структурною одиницею пектинів є D- галактуронова кислота, яка в основному і визначає їх властивості [2]. Завдяки цим властивостям, кількісне визначення пектинових речовин нараховує багато методів, вони трудомісткі та мають між собою велику похибку.

Метою статті є розробка методу кількісного визначення суми пектинових речовин у сухій рослинній сировині. Найбільш поширений метод визначення пектинових речовин є кальцій-пектатний, або об'ємний із сірчанокислою міддю. Ці методи потребують значної кількості дослідного матеріалу, що утруднює фільтрування та призводить до часткової втрати пектину. Крім того використання кальцій пектатного методу не дозволяє прослідкувати за всім ходом гідролітичного розщеплення, так як низькомолекулярні фрагменти частково деградованого пектинового матеріалу не осаджуються катіонами полівалентних металів.

Поширеним способом кількісного визначення пектинів є метод аналізу оснований на взаємодії продуктів кислотного гідролізу пектинів з карбазолом. Забарвлені продукти взаємодії аналізуються фотокolorиметричним способом [3]. Недоліками способу є: трудоємність аналізу, необхідність проведення кислотного гідролізу концентрованими кислотами, висока похибка (біля 3,5%), вплив нейтральних цукрів на результати аналізу пектина.

Відомий спосіб екстрагування та перетворення в розчинний стан пектинових речовин із рослинної сировини з подальшим визначенням у ньому концентрації пектинів. Для цього з 25 г вологого або 10 г сухого дослідного матеріалу екстрагують спочатку водорозчинні пектини, шляхом поступової 3-х кратної екстракції водою при 40 °С, а потім протопектини шляхом поступового екстрагування спочатку 0,3н водним розчином соляної кислоти при 100 °С, а потім 1 % водним розчином лимоннокислого амонію при 100 °С [4].

Визначення кількісного вмісту пектинових речовин в рослинній сировині, згідно з вищенаведеним способом, є недостатньо точним, що спричинено неможливістю здійснення повної екстракції пектинових речовин.

Прискорений метод визначення вмісту пектинових речовин в рослинній сировині, який проводиться безпосередньо в суміші шляхом кислотно-основного титрування за допомогою потенціометра. Суть цього методу полягає в тому, що наважку сировини подрібнюють до розмірів не більш 0,1 мм, додають надлишкову кількість лугу, для нейтралізування вільних карбоксильних груп пектинових речовин, омилення та нейтралізації етерифікованих карбоксильних груп і нейтралізації утвореної при цьому уксусної кислоти. Одночасно нейтралізуються також кислоти, що знаходяться в сировині.

Для визначення кількості лугу, який пішов на титрування лише пектинових речовин роблять поправку на поглинання лугу кислотами. Для цього ще одну наважку сировини заливають етиловим спиртом для досягнення його 70 % концентрації в суміші. При цьому у розчин переходять кислоти і не переходять пектинові речовини. Суміш фільтрують, титрують аліквоту фільтрату і розраховують вміст в сировині кислот на всю дослідну наважку. Різниця між кількістю лугу, який поглинула вся наважка та кількістю лугу, який поглинули кислоти, визначає концентрацію пектину (пектової кислоти) в дослідному зразку.

Недоліком цього способу є те, що він підходить для визначення пектинових речовин у свіжій рослинній сировині або сухому буряковому жомі, при цьому кількаразове титрування аліквотної частини призводить до похибки [5].

Виклад основного матеріалу досліджень. Нами було досліджено визначення вмісту пектинових речовин в харчових порошках рослинного походження шляхом попередньої обробки порошоків етиловим спиртом та відновленням порошоків протягом 30 хв. у співвідношенні 1:10 водою, температура якої становить 45 °С, що дозволить точніше визначати вміст пектинових речовин в харчових порошках.

Спосіб визначення вмісту пектинових речовин в харчових порошках рослинного походження, який передбачає гідроліз пектинових речовин лугом з подальшою нейтралізацією мінеральною кислотою, титрування всіх карбоксильних груп, які знаходяться у вільній формі, лугом, на присутні в суміші катіони і аніони робиться поправка способом титрування аліквотної частини надосадочної рідини, згідно з корисною моделлю, здійснюють попередню обробку харчових порошоків рослинного походження етиловим спиртом, відновлюють порошки водою у співвідношенні 1:10 на протязі 30 хв при температурі 45 °С.

Проведення попередньої обробки харчових порошоків етиловим спиртом дозволяє здійснити екстрагування цукрів та органічних кислот, які перешкоджають якісному визначенню вмісту пектинових речовин в харчових порошках рослинного походження.

Кількісне визначення пектинових речовин завжди відбувається у розчинах, тому об'єкт дослідження повинен знаходитись у розчинному стані. Тому сухі рослинні порошки потрібно відновлювати.

Відновлення харчових порошоків водою у співвідношенні 1:10 на протязі 30 хв при температурі 45 °С дозволяє проводити визначення пектинових речовин безпосередньо в рослинній сировині (без екстрагування).

Був розроблений прискорений метод визначення загальної кількості пектину в харчових порошках рослинного походження.

Методика визначення базується на гідролізу пектинових речовин лугом з подальшою дією мінеральної кислоти, що призводить до випадання в осад пектової кислоти, всі карбоксильні групи, які знаходяться у вільній формі, можуть бути відтитровані основою.

На присутні в суміші катіони і аніони робиться поправка способом титрування аліквотної частини надосадочної рідини.

Метод використовують для визначення суми пектинових речовин в харчових порошках з овочів та фруктів.

Порошки вологістю 6-7 % - (концентрати м'якоти та соку) містять від 40-60 % розчинних вуглеводів та 3-6 % органічних кислот. Органічні кислоти та вуглеводи даватимуть похибку визначення пектинових речовин, тому потрібно провести попередню обробку етиловим спиртом для їх екстрагування.

В наважку рослинного порошку 1 додають 50 мл гарячого етилового спирту і нагрівають на водяній бані, кип'ятять протягом 20 хв. Фільтрують через паперовий фільтр, залишок на фільтрі змивають новою порцією спирту і ще раз кип'ятять. Екстракцію спиртом проводять 2-3 рази в залежності від сировини. Фільтр з осадком підсушують для випаровування спирту. Наважку порошку заливають водою у співвідношенні 1:10 з температурою $t=45$ °С, термостатують 30 хв.

В колбу додають 200 мл 1% NaOH. Залишають для омилення на 30 хв. Потім додають 40 мл HCl (1:3), добре перемішують і фільтрують через складчастий паперовий фільтр. Осад з фільтра змивають 200 мл 0,01н HCl, перемішують і фільтрують через два паперових фільтра. Фільтри роз'єднують, нижній фільтр і 100 мл фільтрату титрують 0,01н NaOH з фенолфталеїном. Це буде холостий. Залишок, з осадом

на фільтрі, добре перемішують і титрують 0,01н NaOH з фенолфталеїном до рожевого кольору, який не зникає протягом 30 секунд.

Кількість пектину розраховують за формулою:

$$\%P = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,176}{H}$$

де V_1 – кількість 0,01н NaOH, яка пішла на титрування розчину, який містить фільтр з наважкою, мл

V_2 – холостий, кількість 0,01н NaOH, яка пішла на титрування аліквоги розчину, мл

176 - еквівалент пектової кислоти

H - наважка.

Були проведені визначення кількісного вмісту пектинових речовин прискореним методом в порошку із яблук, моркви, гарбуза, столового буряку. Отримані результати зведені в таблицю в перерахунку на 100 г сухої речовини.

Таблиця 1 – Вміст пектинових речовин

№	Вид рослинної сировини	Вміст пектину на 100 г сухої речовини
1	Яблучний порошок	7 %
2	Морквяний порошок	5 %
3	Гарбузовий порошок	8 %
4	Порошок із столового буряку	9 %

Як видно з таблиці кількісне визначення суми пектинових речовин за допомогою прискореного методу, дає досить точні результати і тому його можна використовувати в подальших дослідженнях.

Висновки

Розроблений нами спосіб визначення вмісту пектинових речовин відноситься до способів кількісного визначення пектинових речовин і може використовуватись в фармакології, медицині, харчовій промисловості як прискорений метод.

Література

1. Шелухина Н.П. Галактуроновою кислота, методы ее получения и определения/ Шелухина Н.П., Турдакова И.И. Аймухамедова Г.Б.–Фрунзе: Издательство «Илим»,1972.–89с.
2. Шелухина Н.П. Пектин и параметры его получения / Шелухина Н.П., Абаева Р.Ш., Аймухамедова Г.Б.-Фрунзе: Издательство «Илим»,1987.–95с.
3. Бугаенко И.Ф. Технохимический контроль сахарного производства/ Бугаенко И.Ф. –М.: ВО “Агропромиздат”, 1989.–216с.
4. Донченко Л.В. Технологія пектина і пектинопродуктів/ Донченко Л.В. – М.: Де Ли, 2000 – 100с.
5. Патент Росії, №2064178, G01 №30/00.
6. Спосіб визначення вмісту пектинових речовин в харчових порошках рослинного походження. Снежкін Ю.Ф., Петрова Ж.О., Михайлик Т.О. Патент 25656, Україна, МПК 2006 G01N 30/00 C08B 37/06 (2007.01), Заявл.14.05.2007; Видано 10.08.2007; Бюл. №12, 2007р.